

**CERTIFICATE OF MAILING BY FIRST CLASS MAIL (37 CFR 1.8)**

Applicant(s): Uwe FALK et al.

Docket No.

2002DE422

Serial No.

10/518,315

Filing Date

December 16, 2004

Examiner

To Be Assigned

Group Art Unit

1761

Invention: USE OF COLLOIDAL ANIONIC SILICA SOLS AS CLARIFYING AGENTS

I hereby certify that this DE 30 15 439 - 20 Pages

(Identify type of correspondence)

is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: The

Commissioner of Patents and Trademarks, Washington, D.C. 20231-0001 on

August 25, 2005

(Date)

MARIA T. SANCHEZ

(Typed or Printed Name of Person Mailing Correspondence)

  
(Signature of Person Mailing Correspondence)

Note: Each paper must have its own certificate of mailing.

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

①⑫ **Offenlegungsschrift**  
①⑪ **DE 30 15 439 A 1**

- ②① Aktenzeichen:  
②② Anmeldetag:  
④③ Offenlegungstag:

P.30.15 439.3  
22. 4. 80  
29. 10. 81

⑤① Int. Cl. 3:  
**C 01 B 31/14**  
B 01 J 20/20  
C 12 H 1/04  
A 23 L 2/30  
C 13 D 3/12

⑦① Anmelder:  
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

⑦② Erfinder:  
Bürger, Alex, Dipl.-Chem. Dr.; Schober, Peter, Dipl.-Chem.  
Dr., 5000 Köln, DE

**BEST AVAILABLE COPY**

⑤④ Verfahren zur Herstellung von im wäßrigen System zerfallenden Aktivkohlegranulaten und deren Verwendung

DE 30 15 439 A 1

DE 30 15 439 A 1

Patentansprüche:

- 1) Aktivkohlegranulate enthaltend pulverige Aktivkohle, Kieselgel und gegebenenfalls Wasser und Hilfsstoffe.
- 2) Verfahren zur Herstellung von Aktivkohlegranulaten, die bei der Benetzung mit Wasser spontan zerfallen, dadurch gekennzeichnet, daß pulvriger Aktivkohle Kieselgel, Wasser und gegebenenfalls Hilfsstoffe zugesetzt, das Gemenge vermischt, anschließend granuliert und schließlich getrocknet wird.
- 3) Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der pulvrigen Aktivkohle soviel Kieselgel zugesetzt wird, daß das Endprodukt einen Siliciumdioxidgehalt von 1 - 20 Gew.-% bezogen auf die Trockensubstanz aufweist.
- 4) Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß der pulvrigen Aktivkohle soviel Kieselgel zugesetzt wird, daß das Endprodukt einen Siliciumdioxidgehalt von 3 - 7 Gew.-% bezogen auf die Trockensubstanz aufweist.
- 5) Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Granalien bei Temperaturen zwischen ca. 100°C und 250°C getrocknet werden.
- 6) Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Hilfsstoffe Gelatine zugesetzt werden.

Le A 19 959

130044/0175

BAD ORIGINAL

- 7) Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß Gelatine in einer Konzentration von 0,1 bis 5 Gew.-% bezogen auf Trockensubstanz zugesetzt wird.
- 5 8) Verwendung der Aktivkohlegranulate zur Reinigung von Flüssigkeiten.
- 9) Verwendung der Aktivkohlegranulate zur Behandlung von alkoholischen Getränken und Fruchtsäften, insbesondere zur Schönung.
- 10 10) Verwendung der Aktivkohlegranulate zur Entfernung löslicher Eiweißverbindungen aus Flüssigkeiten.

Le A 19 959

130044/0175

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT      5090 Leverkusen, Bayerwerk  
Zentralbereich  
Patente, Marken und Lizenzen    Je/Kü/kl-c      21 April 1936

Verfahren zur Herstellung von im wäßrigen System zerfallenden Aktivkohlegranulaten und deren Verwendung

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Granulierung von stark adsorptionsfähiger pulverförmiger Aktivkohle zu nicht staubenden, hydrophilierten Granulaten mit sehr guter Adsorptionswirkung, die bei  
5 Benetzung mit Wasser oder im wäßrigen System spontan zerfallen sowie deren Verwendung bei der Reinigung von Flüssigkeiten.

Die Behandlung von Flüssigkeiten mit Aktivkohle wird durchgeführt, um unerwünschte Komponenten zu entfernen, z.B. solche, die störende Verfärbungen verursachen oder unangenehme Geruchs- oder Geschmacks-  
10 eindrücke hervorrufen. Besondere Bedeutung hat in diesem Zusammenhang die Behandlung von technischen Lösungen verschiedener Zucker und ihrer Umwandlungs-  
15 produkte sowie von Wein, Bier, Spirituosen und Fruchtsäften mit Aktivkohle erlangt.

Aktivkohle wird z.B. eingesetzt, um Rotweine zu entfärben oder um unerwünschte Farbstoffe aus hochfarbigen und dunklen Weinen zu entfernen. Aufgrund der guten  
20 Adsorptionsfähigkeit können ferner bei Wein störende

Le A 19 959

130044/0175

Geschmacks- und Geruchsstoffe, wie Kork- und Faßgeschmack, Schimmel- und Hefegeruch, entfernt werden.

Während früher häufig gekörnte Holzkohle und Tierkohle mit wenig ausgeprägter Adsorptionsfähigkeit verwendet wurde, werden heute fast ausschließlich sehr feingemahlene, hochleistungsfähige Aktivkohlen im Einrührverfahren angewendet. Leider besitzen diese Aktivkohlen einige wesentliche anwendungstechnische Nachteile.

- 5
- 10 Ausgesprochen lästig ist die Neigung der feingemahlene Hochleistungskohlen zu starkem Stauben, insbesondere in der pharmazeutischen und der Getränke-technologie. Weiterhin führt die schlechte Benetzbarkeit der hydrophoben Aktivkohle zu Schwierigkeiten beim Einrühren in die flüssige Phase und bei der Vermischung.
- 15

Von großer Bedeutung ist ferner das Sedimentationsverhalten und die Filtrierfähigkeit der eingerührten Aktivkohle. Es wird angestrebt, daß die Pulverkohle nach exakter Kontaktzeit mit der Flüssigkeit möglichst schnell und vollständig sedimentiert. Verzögerte Sedimentation bedeutet unkontrollierte Einwirkung auf die Aroma- und Geschmacksstoffe des Getränks und Verstopfen der Filter beim Filtrieren.

20

- 25 Man kann zwar körnige Aktivkohle verwenden, um die Nachteile der pulverisierten Aktivkohle zu vermeiden,

hat aber dann ein ungünstigeres kinetisches Verhalten und gegebenenfalls ungünstigere Gleichgewichtslagen oder höhere Preise in Kauf zu nehmen.

5 Ziel der vorliegenden Erfindung ist deshalb die Herstellung einer Hochleistungskohle mit großer Adsorptionswirkung, die nicht staubt, durch Hydrophilierung mit Wasser gut benetzbar wird, in Flüssigkeiten, Wasser oder Getränken sofort zerfällt und ein günstiges Sedimentationsverhalten aufweist.

10 Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung von Aktivkohlegranulaten, die bei Benetzung mit Wasser spontan zerfallen, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß pulveriger Aktivkohle Kieselgel, Wasser und gegebenenfalls Hilfsstoffe zu-  
15 gesetzt, das Gemenge vermischt, anschließend granuliert und schließlich getrocknet wird.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind die Aktivkohlegranulate als solche, enthaltend  
- vor ihrer Trocknung - pulverige Aktivkohle, Kiesel-  
20 sol, Wasser und gegebenenfalls Hilfsstoffe und nach ihrer Trocknung pulverige Aktivkohle, Kieselgel sowie gegebenenfalls Restmengen an Wasser und Hilfsstoffen sowie die Verwendung der gegebenenfalls nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Aktivkohlegranulate zur  
25 Reinigung von Flüssigkeiten.

Es hat nicht an Versuchen gefehlt, feingemahlene Pulverkohlen mit geeigneten Bindemitteln zu granulieren. Abgesehen davon, daß technische Nachteile bei den allermeisten Bindemitteln auftreten, muß  
30 im Falle der beabsichtigten Anwendung in Getränken auch der Gesichtspunkt der gesundheitlichen Unbedenklichkeit beachtet werden. Es sind also nur solche

Le A 19 959

130044/0175

- 6 -  
- 1 -

Bindemittel zu verwenden, die entweder gesundheitlich unbedenklich sind oder aufgrund ihrer gesundheitlichen Unbedenklichkeit und Eignung als Hilfsstoff bereits für die Getränkebehandlung zugelassen sind.

- 5 Anorganische und organische Bindemittel, die das Getränk aufgrund ihrer Löslichkeit verunreinigen können, sind von vornherein als ungeeignet auszuschließen. Andere unlösliche Bindemittel wiederum verbinden die Aktivkohlepartikel irreversibel miteinander, so daß deren
- 10 Adsorptionsfähigkeit stark vermindert wird und ein Zerfallen des Granulats im Getränk nicht mehr erfolgt. Es ist bekannt, Aktivkohle unter Verwendung von Bentonit, einem quellfähigen Aluminiumsilikat, zu granulieren, wobei allerdings beträchtliche Mengen Bentonit - 10 %
- 15 und mehr - ins Endprodukt eingebaut werden müssen.

- Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß sich feingemahlene, pulverförmige Aktivkohle mit einem silikatischen Bindemittel besonders gut granulieren läßt, wobei die erwünschte Hydrophilierung und die
- 20 damit verbundene leichte Benetzbarkeit durch die zu behandelnde, wäßrige Flüssigkeit eintritt. Besonders überraschend ist, daß die genügend abriebfesten Granulate nach Benetzung im wäßrigen Medium sofort zerfallen, obwohl andererseits bekannt ist, daß lös-
- 25 liche Alkalisilikate, wie zum Beispiel Wasserglas, die Aktivkohle hartnäckig verkleben.

Le A 19 959

130044/0175



Das sich zur Granulierung von pulverförmigen Aktivkohle eignende silikatische Bindemittel ist technisch reines Kiesel­sol, wie es zum Beispiel durch die deutsche Weinverordnung vom 15.7.1971 für die Behandlung von  
5 Wein zugelassen ist.

Die erfindungsgemäß unter Kiesel­sol verstandenen Produkte sind kolloide Lösungen von amorphem Siliciumdioxid in Wasser, die auch als Siliciumdioxidaquasole oder Kieselsäureaquasole bezeichnet werden können.  
10 Das Siliciumdioxid liegt dabei in Form von kugelförmigen und an der Oberfläche hydroxilierten Partikeln vor. Die Partikelgröße der Kolloidteilchen beträgt ca. 2 - 100  $\mu$ , wobei die zur Teilchen­größe korrelierende spezifische Oberfläche ca. 50 -  
15 600  $\text{m}^2/\text{g}$  nach BET beträgt und ausdrückt, welche Oberfläche 1 g getrocknetes Siliciumdioxid aus dem Aquasol entwickeln würde.

Es sind verschiedene Verfahren zur Herstellung solcher Kieselsole bekannt. Kieselsole sind als schwach alkalisch  
20 bzw. schwach saure Lösungen in 30. %iger Konzentration (angegeben als Gew.-%) handelsüblich, jedoch ist es ohne weiteres möglich, zwischen 15 und 60 %  $\text{SiO}_2$  liegende Konzentrationen herzustellen.

Kieselsole entfalten ihre Bindewirkung, indem sie entweder durch den Zusatz von Geliermitteln oder durch  
25 Eintrocknen unter räumlicher Vernetzung in Kieselgele übergehen. Solche Kieselgele stellen festes amorphes

Le A 19 959

130044/0175

Siliciumdioxid dar, wie es beispielsweise durch die EWG-Verordnung Nr. 1678/77 vom 19. Juli 1977 für die Behandlung von Wein erlaubt und durch die EWG-Richtlinie vom 17. November 1975 für die Behandlung von  
5 Fruchtsäften vorgeschlagen ist. Ferner ist die Verwendung von Kieselgelen für die Entfernung von kälte-labilen Eiweißstoffen aus Bieren erlaubt.

Gemäß der deutschen Offenlegungsschrift 1 667 436 sind bereits feste, wasserunlösliche Kieselgele bekannt, die  
10 zur Erhöhung ihrer Adsorptionskapazität geringe Mengen Aktivkohle eingebaut enthalten. Das Ziel dieser Erfindung liegt nicht in der Granulierung von Aktivkohle, sondern es werden vielmehr Produkte mit eingelagerter Aktivkohle erhalten, was bedeutet, daß  
15 hier die Aktivkohle durch das Kieselgel fest verankert und verklebt ist. Ein Zerfall dieser Produkte bei Benetzung mit Wasser tritt nicht ein.

Durch die erfindungsgemäße Zugabe von Kieselolen und Wasser zu den erwähnten hochleistungsfähigen Pulver-  
20 kohlen wird eine granulierungsfähige Masse erhalten, die in dafür üblichen technischen Geräten zu entsprechenden Granalien mit ausreichend guter Grünstandfestigkeit verformt werden kann. Nach dem Trocknen werden ausreichend abriebfeste und problemlos handhabbare Granalien  
25 erhalten.

Um Aktivkohlegranulate im Sinne der vorliegenden Erfindung zu erhalten, die nach Benetzung mit der zu behandelnden Flüssigkeit spontan zerfallen, hat es sich

Le A 19 959

130044/0175

als günstig erwiesen, vorzugsweise soviel Kiesel-  
sol zu verwenden, daß im getrockneten Endprodukt ein  
Siliciumdioxidgehalt von mindestens 1 - 20 % vorliegt.  
Darüber hinaus ist es jedoch möglich, die Kohle durch  
5 Zusatz von weiterem Kiesel-  
sol zu modifizieren.

Besonders hervorragende Granalien im Sinne der Er-  
findung, die genügend abriebfest sind, gut mit Wasser  
benetzen und spontan zerfallen, enthalten 3 - 7 Gew.-%  
Siliciumdioxid, bezogen auf die Trockensubstanz.  
10 Solche Produkte werden erhalten, wenn man zum Beispiel  
97 - 93 Gew.-Teile Pulverkohle, 10 - 24 Gew.-Teile  
30 %iges Kiesel-  
sol und ca. 100 - 140 Gew.-Teile Wasser -  
bezogen auf 100 Gew.-Teile Endprodukt - einsetzt.  
Dabei hat das Wasser lediglich die Aufgabe, die Masse  
15 granulierungsfähig zu gestalten. Anstelle von getrockneter  
Pulverkohle kann auch entsprechend nasse Ware einge-  
setzt werden.

Die Aktivkohlegranulate werden nach dem Granulieren  
bei Temperaturen zwischen ca. 100°C bis 250°C, vor-  
zugsweise zwischen ca. 110°C bis 180°C, getrocknet.  
20 Die Temperatur hat dabei keinen Einfluß auf die  
Festigkeit der Granulate. Sie beeinflußt lediglich  
die Trocknungszeit. Obwohl es bei vorsichtigem Trocknen  
durchaus möglich ist, wasserfreie Granulate mit guten  
25 anwendungstechnischen Eigenschaften herzustellen,  
ist es besonders vorteilhaft, Aktivkohlegranulate mit  
ca. 5 - 10 % Restfeuchtigkeitsgehalt einzusetzen.

Le A 19 959

130044/0175

Diese Granulate zerfallen bei Kontakt mit der zu behandelnden Flüssigkeit besonders schnell. Es können auch höhere Restfeuchtigkeitsgehalte eingestellt werden, jedoch erweist sich dies als unnötiger Gewichtsballast  
5 ohne technischen Vorteil.

Überraschenderweise zeigen die mit Kieselsole granulierten Aktivkohlen keine verringerte Adsorptionsfähigkeit gegenüber den pulverisierten Ausgangsaktivkohlen, obwohl hätte erwartet werden müssen, daß das  
10 Mikroporensystem der Aktivkohle durch das sich bildende Kieselgel verklebt und dadurch teilweise unwirksam wird.

Ferner wurde gefunden, daß die Behandlung von technischen Lösungen verschiedener Zucker und ihrer Derivate mit  
15 den Aktivkohlengranulaten der Erfindung wesentlich effektiver gestaltet werden kann. Zum Beispiel wird Eiweiß aus konvertiertem Glucosedünnsaft wesentlich vollständiger entfernt als mit anderen handelsüblichen Aktivkohlen.

20 Das Vermischen der Aktivkohle mit Wasser und Kieselsole kann in praxisüblichen Misch- und Knetaggregaten erfolgen, wobei lediglich auf eine genügende Homogenisierung geachtet werden muß. Durch den Misch- und Knetvorgang und die durch das Granulieren in hierfür gebräuchlichen Apparaten verursachten Verdichtungen der  
25 Kohlenmasse haben keinen Effekt auf die Fähigkeit der Granulate zum spontanen Zerfall.

Le A 19 959

130044/0175

Es wurde gefunden, daß durch Zugabe von 0,1 - 5 % Gelatine in Form einer wäßrigen Lösung zu der Aktivkohlemasse vor dem Granulieren eine Steigerung der Granulatfestigkeit erzielt werden kann. Unter Gelatine werden Stoffe verstanden, wie sie z.B. in  
5 "Flüssiges Obst, 9/1972, S. 388 - 406" beschrieben sind. Diese Gelatinen werden erfindungsgemäß unter Hilfsstoffen verstanden.

Das erfindungsgemäße Verfahren soll nun anhand der  
10 folgenden Beispiele noch näher erläutert werden:

Le A 19 959

130044/0175

Beispiel 1

900 g pulverförmige Aktivkohle mit einem Restfeuchtigkeitsgehalt von 0,3 % wurden mit 1350 g Wasser und 133 g Kiesel­sol 30 %ig in einem Knet­er in 30 Minuten homogen vermischt. Wasser und Kiesel­sol wurden vor der Zugabe zur Aktivkohle zunächst vorgemischt. Anschließend wurde die Masse in einer Schnecken­presse zu zylindri­schen Formlingen mit 4 mm Durchmesser und 5 - 10 mm Länge verformt. Die Formlinge wurden dann bei 120°C bis zu einer Restfeuchte von 7 % getrocknet. Die fertigen Granulate enthalten - bezogen auf die Granulat-trockensubstanz - 4,7 %  $\text{SiO}_2$  aus Kiesel­sol.

Beispiel 2

900 g pulverförmige Aktivkohle mit einer Restfeuchte von 9,3 % wurden mit 1110 g Wasser, 133 g Kiesel­sol 30 %ig und 1,67 g Gelatine in einem Knet­er in 30 Minuten homogen vermischt. Dabei wurde das Kiesel­sol zunächst mit 555 g Wasser verdünnt und die Gelatine in den restlichen 555 g Wasser gelöst. Beide Lö-sungen wurden dann nacheinander zur Aktivkohle zuge-fügt. Anschließend wurde wie in Beispiel 1 be-schrieben, verformt und bei 120°C bis zu einer Rest-feuchte von 7 % getrocknet. Die fertigen Granulate enthalten - bezogen auf die Granulattrockensubstanz - 4,65 %  $\text{SiO}_2$  aus Kiesel­sol und 0,2 % Gelatine.

Le A 19 959

130044/0175

Beispiel 3

Durch Lösen von Melasse in Wasser und Pufferung mittels Natriumphosphatpuffer auf einen pH-Wert von 7,0 wurde eine Prüfmelasselösung hergestellt, welche nach Fil-  
5 tration eine Farbintensität entsprechend 13,5°  
Stammer aufwies. Je 1 Liter der Prüfmelasselösung wurde bei 80° 30 Minuten lang mit verschiedenen Ein-  
waagen der Ausgangspulverkohle und der Aktivkohle,  
wie in der Tabelle angegeben, behandelt. Anschließend  
10 wurden die Lösungen durch Selecta Faltenfilter 602  
1/2 h filtriert. An den Filtraten wurden mit einem Tageslichtkolorimeter die Restfarben ermittelt.

Die erreichten Entfärbungen in % wurden graphisch als Ordinate gegen die hierfür erforderlichen Kohlen-  
15 mengen in Gramm/Liter als Abzisse aufgetragen. Aus den so erhaltenen Entfärbungskurven konnte man die-  
jenigen Mengen an Aktivkohle bzw. -granulate ent-  
nehmen, welche erforderlich sind, um 1 Liter Prüf-  
melasselösung auf 50 % Restfarbe zu entfärben.

Tabelle 1: Ermittlung der Entfärbungsleistung gegenüber Melasselösung

Lfd. Nr.	Behandlungsweise	erreichte Restfarbe %	hierfür erforderliche Kohlemenge Gramm/Liter
mit dem Aktivkohlegranulat aus Beispiel 1			
1	unter gelegentlichem leichten Umrühren	50	1,98
2	unter ständigem starken Schütteln	50	1,98
3	in gemahlenem Zustand (20 & 71 µm) unter ge- legentlichem leichten Umrühren	50	1,98
4	mit der pulverförmigen Aktivkohle = Ausgangs- pulverkohle in Beispiel 1	50	2,00

Le A 19 959

130044/0175



- 12-15 -

Das Aktivkohlegranulat aus Beispiel 1 wies bei einer Prüfmelasselösung dieselbe gute Entfärbungsleistung wie die pulverförmige Ausgangsaktivkohle auf.

#### Beispiel 4

- 5 Mit der pulverförmigen Ausgangsaktivkohle und mit dem Aktivkohlegranulat aus Beispiel 1 wurden an einem deutschen Rotwein Prüfungen zur Ermittlung der Entfärbungskapazität nach der folgenden Methode ausgeführt:
- 10 Je 100 ml Rotwein wurden mit ca. 50 mg, 100 mg und 180 mg bezogen auf Trockensubstanz der beiden Kohlesorten in einem Becherglas 1 Stunde verrührt. Anschließend wurde über Selecta-Faltenfilter 602 1/2 h
- 15 filtriert und von dem filtrierten Wein bei 520 µm mit einem Zeiss-Spektralphotometer PM 2 DL die Extinktion E in einer 1 cm-Küvette gemessen. Die Extinktion E<sub>0</sub> erhielt man aus einem entsprechenden Blindversuch ohne Kohle. Restfarbe und Entfärbungskapazität wurden nach den folgenden Gleichungen be-
- 20 rechnet:

$$\text{Restfarbe in Prozent} = \frac{E \cdot 100}{E_0}$$

$$\text{Entfärbungskapazität} = \frac{E_0 - E}{\text{Kohletrockensubstanz in Gramm}}$$

Le A 19 959

130044/0175.

Durch Eintragen der Kapazität als Ordinate und der zugehörigen Restfarbe als Abszisse in ein bilogarithmisches Koordinatensystem erhielt man die Freundlich-Isothermen.

- 5 Nach dem Gleiche-Leistungs-Prinzip legte man nun bei z.B. 70 % Entfärbung eine Parallele zur Ordinate durch die Isothermen und erhielt an den Schnittpunkten die äquivalenten Entfärbungskapazitäten jeder Kohle bei 70 % Entfärbung.

- 10 Meßwerte und Auswertung für beide Kohlesorten sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Le A 19 959

130044/0175

Tabelle 2: Ermittlung der Entfärbungskapazität an Rotwein

Kohlesorte	Trocken- substanz g/hl	Extinktion E bzw. E <sub>O</sub>	Entfär- bungs- kapazität E <sub>O</sub> -E/g	Rest- farbe %	Entfärbungs- kapazität pro g bei 70 % Ent- färbung
Ausgangs- pulver- kohle	50 100 180	0,342 0,239 0,152	5,5 3,8 2,6	55,2 38,6 24,6	3,1
Aktivkohle- granulat Beispiel 1	50 101 181	0,337 0,236 0,146	5,6 3,8 2,6	54,4 38,1 23,6	3,1
Original- wein	-	0,619	-	-	-

Das Aktivkohlegranulat aus Beispiel 1 hatte bei einer vorgegebenen Entärbung von 70 % dieselbe Entfärbungskapazität wie die pulverförmige Ausgangsaktivkohle.

#### Beispiel 5

- 5 Das Aktivkohlegranulat aus Beispiel 1 und zwei handelsübliche Aktivkohlen A und B wurden nach der folgenden Methode auf ihre Fähigkeit zur Eiweißabscheidung aus konvertiertem Glucosedünnsaft geprüft.

- 10 Je 1 Liter eines konvertierten Glucosedünnsaftes mit einem Eiweißgehalt entsprechend 0,5 Gew.-% Pepton / 100° BX wurde mit verschiedenen Einwaagen Aktivkohle bzw. granulat im Einrührverfahren unter gleichen Bedingungen behandelt. An den behandelten und filtrierten Lösungen wurde der Resteiweißgehalt durch einen Ei-
- 15 weißtest festgestellt. Hierzu wurde die durch Einwirkung von Salpetersäure auf das gelöste Eiweiß gebildete leuchtend helle Gelbfärbung bei pH 7,0 und 405 µm kolorimetrisch bewertet. In der Tabelle ist angegeben, welche Kohlenmenge aufgewendet werden
- 20 muß, um 70 % des gelösten Eiweißes zu entfernen.

Tabelle 3: Eiweißentfernung aus konvertiertem Glucose-dünnsaft

Kohleprobe	für 70 % Eiweißabscheidung erforderliche Menge Kohle in Gramm Handelsware/Liter
A	10,0
B	13,3
Aktivkohlegranulat aus Beispiel 1	8,5

Le A 19 959

- 17 - 19 -

3015439

Das Aktivkohlegranulat aus Beispiel 1 zeigte bei der Eiweißabscheidung aus konvertiertem Glucosedünnsaft eine bessere Leistung als handelsübliche, hierfür vergleichsweise eingesetzte Aktivkohlen.

Le A 19 959

130044/0175

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**